

МИНОБРНАУКИ РОССИИ  
НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ  
ТОМСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ  
ХИМИЧЕСКИЙ ФАКУЛЬТЕТ

**Аннотированная рабочая программа дисциплины  
Масс-спектрометрия**

Направление подготовки  
**04.04.01 Химия**

Магистерская программа  
**Химические и физические методы исследований в экологической и  
криминалистической экспертизе**

Квалификация выпускника  
**Магистр**

Форма обучения  
**Очная**

Томск 2016

**1. Код и наименование дисциплины:**  
**Б1.В.ДВ.4.1 «Масс-спектрометрия».**

**2. Цель изучения дисциплины:**

ознакомление обучающихся с методологическими основами проведения основных видов химических экспертиз с применением одного из современных физико-химических методов анализа - метода органической масс-спектрометрии. В ходе изучения курса рассматриваются вопросы различных способов ионизации и особенности применения методов тандемной масс-спектрометрии при проведении анализов.

**3. Год/годы и семестр/семестры обучения:** I курс, 1 семестр.

**4. Общая трудоемкость дисциплины (модуля)** составляет 2 зачетных единицы, 72 часа, из которых 16 часов составляет контактная работа обучающегося с преподавателем (6 часов – занятия лекционного типа, 10 часов – практические занятия), 56 часов составляет самостоятельная работа обучающегося.

**5. Планируемые результаты обучения по дисциплине, соотнесенные с планируемыми результатами освоения образовательной программы**

<b>Формируемые компетенции (код компетенции, уровень (этап) освоения)</b>	<b>Планируемые результаты обучения по дисциплине (модулю)</b>
<b>Первый уровень (пороговый) (ОПК-2) – I</b> владение современными компьютерными технологиями при планировании исследований, получении и обработке результатов научных экспериментов, сборе, обработке, хранении, представлении и передаче научной информации.	<b>У (ОПК-2) – I Уметь:</b> осуществлять расчет результатов анализа с использованием базы масс-спектральных данных и статистических методов обработки масс-спектральной информации при проведении количественных расчетов; проводить интерпретацию масс-спектров с использованием основных закономерностей масс-спектрального распада.
<b>Второй уровень (углублённый) (ОПК-3) – II</b> способность реализовать нормы техники безопасности в лабораторных и технологических условиях	<b>З (ОПК-3) –II Знать:</b> содержание основные нормы техники безопасности в лабораторных и технологических условиях. <b>В (ОПК-3)–II Владеть:</b> навыками и способностью проведения химического эксперимента с соблюдением норм техники безопасности в лабораторных и технологических условиях.
<b>Первый уровень (пороговый) (ПК-1) – I</b> – способность проводить научные исследования по сформулированной тематике, самостоятельно составлять план исследования и получать новые научные и прикладные результаты.	<b>У (ПК-1) – I Уметь:</b> самостоятельно планировать исследования и получать новые научные и прикладные результаты
<b>Первый уровень (пороговый) (ПК-2) – I</b>	<b>З (ПК-2) – I Знать:</b> физические основы метода получения масс-спектральной информации при различных вариантах

– владение теорией и навыками практической работы в избранной области химии.	ионизации и возможности применения метода тандемной масс-спектрометрии в режиме SRM и MRM для решения аналитических задач без предварительного хроматографического разделения. <b>У (ПК-2) – I Уметь:</b> планировать эксперимент при анализе термолабильных образцов с применением техники прямого ввода. <b>В (ПК-2)-II Владеть:</b> основами пробоподготовки и навыками приготовления растворов с заданными концентрациями.
<b>Первый уровень</b> (пороговый) <b>(ПК-3) – I</b> – готовность использовать современную аппаратуру при проведении научных исследований.	<b>З (ПК-3) – I Знать:</b> современное аппаратное оформление метода и возможности применения органической масс-спектрометрии для исследования продуктов каталитической термодесорбции органических соединений; представлять возможности применения тандемной масс-спектрометрии для изучения механизма протекания органических реакций в газовой фазе.

## 6. Содержание дисциплины и структура учебных видов деятельности

### 6.1. Структура учебных видов деятельности

Раздел дисциплины	Всего (час.)	Контактная работа (час.)		Самостоятельная работа (час.)
		Лекции	Практические занятия	
Системы ввода образца в ионный источник масс-спектрометра. Альтернативные методы ионизации органических соединений	18	2	2	12
Методы разделения и регистрации ионов в органической масс-спектрометрии.	30	2	4	24
Тандемная масс-спектрометрия МС/МС с использованием активации анализируемых веществ соударение. Количественный масс-спектральный анализ	26	2	4	20
<b>Итого:</b>	<b>72</b>	<b>6</b>	<b>10</b>	<b>56</b>

### 6.2 Программа дисциплины

**Физические основы метода масс-спектрального распада органических соединений в режиме электронной ионизации.** Основные принципы образования масс-спектров положительно заряженных ионов. Понятие «сечение ионизации». Понятие «полный ионный ток» (ПИТ). Зависимость эффективности ионизации от энергии ионизирующих электронов. Понятие «молекулярный ион». Правильность выбора молекулярного иона на

основании первичных фрагментных ионов. Принципы и приемы определения области молекулярно-массового распределения. Понятие «осколочные и характеристические ионы». *Физические основы масс-спектрально распада*. Диаграмма Вархафтига. Понятие метастабильные ионы и принципы их образования. Основные правила и подходы к интерпретации масс-спектров. Стабильность ионов и нейтральных частиц. Правило выброса максимального алкильного радикала. Правила распада четноэлектронных ионов. Правило степеней свободы. Структурные и стереохимические факторы, влияющие на образование масс-спектра. Органические вещества с полиизобарными молекулярными массами.

***Практические основы интерпретации масс-спектров.*** Определение элементного состава ионов на основании изотопных пиков. Расчет изотопной частоты соединений. Азотное правило. Фрагментные ионы. Наиболее интенсивные ионы в масс-спектре. Гомологические серии ионов. Построение схемы фрагментации. Метод масс-фрагментографии и режим мониторинга заданных ионов. Масс-спектрометрия высокого разрешения.

***Системы ввода образца в ионный источник масс-спектрометра.*** Баллон напуска. Применение баллона напуска для изучения структурно-группового состава жидких органических смесей. Прямой ввод. Применение прямого ввода для анализа термолабильных соединений и моделирования каталитических превращений с использованием модельных соединений в режиме программируемой термодесорбции. Изучение кинетики нестационарных процессов в гетерогенном катализе.

***Альтернативные методы ионизации органических соединений.*** Химическая ионизация и механизм ее протекания. Химическая ионизация отрицательных ионов и возможности ее применение в прикладных исследованиях. Полевая ионизация и полевая десорбция. Особенности применения методов для получения масс-спектров молекулярных ионов и изучения высокомолекулярных соединений различной природы. Химическая ионизация при атмосферном давлении для изучения строения неполярных органических молекул. Электрораспылительная ионизация как метод изучения полярных органических соединений. Принципы образования молекулярных и кластерных ионов. Применение метода для исследования органических реакций в газовой фазе и органических комплексов, образованных по донорно-акцепторному механизму. Образование многозарядных ионов и возможность применения метода для изучения природных и синтетических биополимеров.

***Методы разделения и регистрации ионов в органической масс-спектрометрии.*** Принцип работы магнитного секторного масс-спектрометра, двухфокусного секторного масс-спектрометра. Квадрупольный анализатор. Ионная ловушка и времяпролетный анализатор высокого разрешения. Детектирование ионов. Принцип работы электронного умножителя и фотоумножителя.

***Тандемная масс-спектрометрия МС/МС с использованием активации анализируемых веществ соударения.*** Физические принципы активации ионов соударением или диссоциации, индуцированной столкновением. Принцип работы системы трех квадруполей. Получение спектра дочерних и родительских ионов. Работа в режиме образования ионов, получаемых отщеплением идентичных нейтральных фрагментов. Съемка образца в режиме мониторинга выбранной реакции (SRM) и мониторинга множественных реакций (MRM), как способ повышения чувствительности и селективности анализа микропримесей органических и биологически активных соединений из сложных органических и биологических матриц без предварительного хроматографического разделения. Принцип работы ионной ловушки и возможности ее применения для проведения многостадийных исследований фрагментации в режиме (MS)<sup>n</sup>. Достоинства и недостатки метода. Тандемная масс-спектрометрия высокого разрешения. Особенности применение тандемной масс-спектрометрии в режиме электронной и электрораспылительной ионизации.

**Количественный масс-спектральный анализ.** Съемка образца в режиме мониторинга заданных ионов с использованием метода внутреннего стандарта, как основной способ проведения количественных расчетов в методе органической масс-спектрометрии и ГХМС. Понятие «относительные коэффициенты чувствительности» и их применение в масс-спектрометрии для количественных расчетов.

Метод мониторинга выбранной реакции (SRM) и мониторинга множественных реакций (MRM), как способ проведения количественных расчетов в методе тандемной масс-спектрометрии. Особенности проведения количественных расчетов многокомпонентных смесей в одном эксперименте.

### **6.3. Форма промежуточной аттестации: зачет.**

## **7. Ресурсное обеспечение дисциплины**

### **7.1. Основная литература**

1. Лебедев А.Т. Масс-спектрометрия в органической химии/ А.Т. Лебедев – М.: Техносфера, 2015. –704с.
2. Экман Р. Масс-спектрометрия: аппаратура, толкование и приложения/ Р. Экман, Е. Зильеринг, Э. Вестман-Бринкмальм, А. Край –М: Техносфера, 2013. –368с.
3. Принципы масс-спектрометрии в приложении к биомолекулам /под ред. Дж. Ласкин, Х. Лифшиц. –М.: Техносфера, 2012. –607 с.

### **7.2. Дополнительная литература**

1. Лаваньини И. Количественные методы в масс-спектрометрии /И. Лаваньини, Ф. Маньо, Р. Сералья, П. Тральди –М: Техносфера , 2008. –175 с.:
2. Введение в хромато-масс-спектрометрию /Пер. с англ. И. А. Ревельского, Ю. С. Яшина Карасек, Френсис. –М.: Мир , 1993. –240 с.
3. Органическая масс-спектрометрия : Термохимическое описание изомеризации и фрагментации ионов и радикалов в газовой сфере /В. В. Тахистов; АН СССР, Отд-ние физиологии Тахистов В.В. –В.: Наука, Ленингр. отд-ние , 1990. –220 с.
4. Хмельницкий Р.А. Масс-спектрометрия загрязнений окружающей среды / Р.А. Хмельницкий, Е.С. Бродский – М.: Химия , 1990. –181 с.
5. Полякова А.А. Масс-спектральный анализ смесей с применением ионно-молекулярных реакций / Полякова А.А., Ревельский И.А., Токарев М.И.–М.: Химия , 1989. –240 с.
6. Чепмен Дж. Практическая органическая масс-спектрометрия /Дж. Чепмен; Перевод с англ. А. Т. Лебедева, Чепмен Дж. Р. –М.: Мир , 1988. 216 с.

### **7.3. Электронные ресурсы**

1. Хмельницкий Р. А., Хромато-масс-спектрометрия / Хмельницкий Р. А., Бродский Е. С., М. : Химия , 1984. 210 с. [Электронный ресурс]  
<http://sun.tsu.ru/limit/2016/000138516/000138516.djvu>
2. Лебедев А.Т. Масс-спектрометрия в органической химии / Лебедев А.Т. М.: БИНОМ. Лаб. знаний, 2003. 493с., [Электронный ресурс]  
<http://sun.tsu.ru/limit/2016/000192021/000192021.pdf>
3. Вульфсон Н.С. Масс- спектрометрия органических соединений /Н.С. Вульфсон, В.Г. Заикин, А.И. Микая –М.: Химия , 1986. 287с. [Электронный ресурс]  
<http://sun.tsu.ru/limit/2016/000079889/000079889.djvu>

**8. Автор:** Дычко Константин Александрович, канд. хим. наук, доцент кафедры органической химии ХФ ТГУ.